

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-021521

(43)Date of publication of application : 26.01.2001

(51)Int.Cl. G01N 27/30
G01N 27/49
G01N 33/20

(21)Application number : 11-195173

(71)Applicant : FUJISHIMA AKIRA
MEIDENSHA CORP

(22)Date of filing : 09.07.1999

(72)Inventor : FUJISHIMA AKIRA
DONALD ALEXANDER TRICK
AYAKANO MANIVANAN

(54) ELECTROCHEMICAL ANALYTICAL METHOD BY USING CONDUCTIVE DIAMOND ELECTRODE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable analysis of various analytical objects to be performed, and to enable to execute high-sensitivity and high-accuracy electrochemical analysis easily in a short time.

SOLUTION: A polycrystalline diamond electrode having conductivity by being doped with high-concentration boron is used, and the surface of the conductive diamond electrode and the surface of an analytical object are rubbed with each other, to thereby allow the analytical object to adhere to the surface of the conductive diamond electrode. And, the conductive diamond electrode is dipped in electrolyte solution, and a potential step of the potential of the conductive diamond electrode is executed from the negative potential direction to the positive potential direction by a differential pulse-voltammetry, to elute the adhering material into the electrolyte solution and simultaneously to detect current change relative to the potential step.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-21521

(P2001-21521A)

(43) 公開日 平成13年1月26日 (2001.1.26)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
G 0 1 N 27/30		G 0 1 N 27/30	B 2 G 0 5 5
27/49		33/20	K
33/20		27/46	3 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平11-195173	(71) 出願人	591115936 藤嶋 昭 神奈川県川崎市中原区中丸子710-5
(22) 出願日	平成11年7月9日 (1999.7.9)	(71) 出願人	000006105 株式会社明電舎 東京都品川区大崎2丁目1番17号
		(72) 発明者	藤嶋 昭 神奈川県川崎市中原区中丸子710番地5
		(72) 発明者	ドナルド アレクサンダー トリック 東京都世田谷区代田4丁目24番17号 羽根 木公園 ガーデンホーム 102号室
		(74) 代理人	100062199 弁理士 志賀 富士弥 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法

(57) 【要約】

【課題】 各種被分析対象の分析を可能にすると共に、高感度および高精度な電気化学的分析を短時間で容易に行うことを可能にする。

【解決手段】 高濃度のボロンをドーブして導電性を有する多結晶のダイヤモンド電極を用い、その導電性ダイヤモンド電極の表面と被分析対象の表面とを擦り合わせるにより、前記導電性ダイヤモンド電極の表面に前記被分析対象を付着させる。そして、前記導電性ダイヤモンド電極を電解液中に浸し、ディファレンシャルパルス・ボルタンメトリーにより、その導電性ダイヤモンド電極の電位を負電位方向から正電位方向に電位ステップさせ、前記電解液中に前記付着物質を溶出すると共に、前記電位ステップに対する電流変化を検出する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性ダイヤモンド電極の表面と被分析対象の表面とを擦り合わせることにより、前記導電性ダイヤモンド電極の表面に被分析対象の一部を付着させた後、

前記導電性ダイヤモンド電極を電解液中に浸し、その導電性ダイヤモンド電極の電位を負電位方向から正電位方向に変化させることにより、前記電解液中に前記付着物質を溶出すると共に、前記電位変化に対する電流変化を検出して、前記被分析対象を分析することを特徴とする導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法。

【請求項2】 前記導電性ダイヤモンド電極は、ボロンをドーブした導電性ダイヤモンド電極であることを特徴とする請求項1記載の導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法。

【請求項3】 前記導電性ダイヤモンド電極の電位をディファレンシャルパルス・ボルタンメトリーにより電位ステップさせて、前記付着物質を溶出したことを特徴とする請求項1または2記載の導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法。

【請求項4】 前記被分析対象は、金属または合金であることを特徴とする請求項1乃至3記載の導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法であり、例えば金属、合金の分析方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】電気化学測定法は、金属工業、環境科学、エネルギー化学、画像工学、電子工学、生物学、医学等において広く用いられている。前記電気化学測定法により溶液を分析するには、図12に示すような分析装置(詳細を後述する)を用いて行うことができる。

【0003】図12は、溶液中含まれた物質(例えば、金属)の分析に用いられる一般的な分析装置の概略構成図である。図12において、符号1は測定容器を示すものであり、その測定容器1内には被分析対象(例えば、金属イオン)を含んだ電解液1aが入っており、封止部材1bにより封止される。符号2は作用電極、符号3は対電極を示すものであり、それら作用電極2と対電極3とが一定の距離を隔てて、前記測定容器1内の電解液1a中に浸されるように設けられる。なお、前記作用電極2には、例えばグラファイト電極、グラッシーカーボン電極、水銀電極(例えば、水銀薄膜で被覆された電極、水銀滴を用いる電極)等が用いられる。前記対電極3には、例えば白金やカーボンから成る電極が用いられる。

【0004】符号4はポテンシオスタットを示すものであり、そのポテンシオスタット4には前記作用電極2、

対電極3がそれぞれの配線2a、3aを介して接続される。また、前記ポテンシオスタット4には、ポテンシャルスweep-4a、レコーダ4bが接続される。符号5は参照電極(基準電極)を示すものであり、キャピラリー5aを介して前記作用電極2に電気的接続されると共に、配線5bを介して前記ポテンシオスタット4に接続される。なお、前記参照電極5には、飽和カロメル電極(Saturated Calomel Electrode)等が用いられる。

【0005】符号6は、窒素ガス(N₂)を前記対電極3付近に供給するための供給管を示すものである。符号7はスターラーを示すものであり、そのスターラー7によって前記測定容器1内の底部に位置する攪拌子7aを動作させて、前記測定容器1内の電解液1aを攪拌する。

【0006】次に、図12に示した分析装置による金属分析方法を説明する。まず、ポテンシオスタット4により、作用電極2の電位を自然電極電位から負電位方向にスweepし、電解液1a中の各金属イオンを前記作用電極2表面に対し順次電着させて電着物質を形成する(還元濃縮)。

【0007】その後、前記ポテンシオスタット4により、前記作用電極2の電位を正電位方向にスweepして、前記電着物質を電解液1a中に酸化溶出(アノードストリッピング)する。前記電着物質中の各金属は、所望の酸化電位でそれぞれ溶出することから、前記の各金属を電解液1a中に溶出する際に、前記作用電極2の電位変化に対する電流変化(電位に対するピーク電流)を所望の走査速度で検出することにより、前記電解液1aの分析を行うことができる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】以上示したように、図12に示したような分析装置によれば、溶液における電気化学的分析が可能となる。しかし、被分析対象が固形状である場合、その被分析対象を電解液中に溶解してから作用電極に電着させるため、手間が掛かってしまうと共に前記被分析対象を著しく破壊してしまうなど、その分析することができる被分析対象の範囲が限定されてしまう。

【0009】本発明は、前記課題に基づいて成されたものであり、各種被分析対象を破壊せずに分析すると共に、高感度および高精度な電気化学的分析を短時間で容易に行うことを可能にした導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、前記課題の解決を図るために、第1発明は導電性を有し多結晶のダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法に関するものであり、まず導電性ダイヤモンド電極の表面と被分析対象(固形状の被分析対象)の表面とを擦り合わせることで、前記導電性ダイヤモンド電極の表面に前記被分析対象の一部(極めて少量)を付着させる。その後、前記導

電性ダイヤモンド電極を電解液中に浸し、その導電性ダイヤモンド電極の電位を負電位方向から正電位方向に変化させることにより、前記電解液中に前記付着物質を溶出すると共に、前記電位変化に対する電流変化を検出して行うことを特徴とする。

【0011】第2発明は、前記第1発明において、前記導電性ダイヤモンド電極は、ボロン(高濃度のボロン)をドーブした導電性ダイヤモンド電極であることを特徴とする。

【0012】第3発明は、前記第1または第2発明において、前記導電性ダイヤモンド電極の電位をディファレンシャルパルス・ボルタンメトリーにより電位ステップさせて、前記付着物質を溶出したことを特徴とする。

【0013】第4発明は、前記第1乃至第3発明中の前記被分析対象において、金属および合金であることを特徴とする。

【0014】前記第1乃至4発明のように導電性を有するダイヤモンド電極によれば、広い電位窓、低いバックグラウンド電流、高い化学的耐性を有するため、苛酷な条件下(例えば、振幅の大きい電位パルスを用いた分析条件)でも被分析対象の電気化学的分析を行うことができる。また、極めて微量(ナノグラム程度)の被分析対象(固形状の被分析対象)を物理的採取(擦り取り)するため、その被分析対象を破壊することなく分析を行うことが可能である。

【0015】前記導電性ダイヤモンド電極を用いる代わりに、例えばワックス処理されたグラファイト電極を用い、そのグラファイト電極を被分析対象(例えば、比較的軟らかい合金、鉱物、人口の無機質合成物)に擦り付けて行う分析方法が考えられるが、そのグラファイト電極の硬さおよび摩擦係数により、分析可能な被分析対象の範囲が限定されてしまう。

【0016】一方、本発明においては、導電性ダイヤモンド電極が極めて硬く微細結晶(1~10 μ m程度)を構成した多結晶であるため、実質的にあらゆる被分析対象(例えば、あらゆる金属、合金、鉱物、合成物)を擦り取ることができると共に、その被分析対象において高感度および高精度の電気化学的分析を短時間(導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから1分未満)で容易に行うことができる。

【0017】ゆえに、本発明における導電性ダイヤモンド電極を用いた分析方法によれば、あらゆる物質(例えば、非晶質の物質および低レベルの夾雑物)について、その物質を破壊することなく、高精度および高感度な分析を短時間で容易に行うことが可能であり、例えばX線解析と比較して魅力的な分析方法である。

【0018】この分析方法は、環境汚染分野、金属抽出技術分野、金属表面処理分野(例えば、メッキ処理された表面の分析)、半導体分野、薬学分野、偽物識別分野(例えば、偽貨幣の識別)、岩石学分野、考古学分野(例

えば、骨董品の識別)、農業分野を含む多種多様な分野において利用することができる。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態における導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法を図面に基づいて説明する。

【0020】ダイヤモンドは、耐久性、耐腐食性(例えば、耐化学的腐食性)等の特徴を有する。ボロンをドーブして成る多結晶の導電性ダイヤモンド電極は、導電性を有すると共に低いバックグラウンド電流を有する。また、導電性ダイヤモンド電極は、広い電位窓を有し(酸化電位および還元電位が広い)種々の電気化学的活性物質の検出に適している。

【0021】前記のように導電性を有する導電性ダイヤモンド電極は、例えば水素ガスが充満されたチャンバー内に水素プラズマを予め生成し、そのチャンバー内にボロン種が溶解されたアセトンとメタノールとの混合ガスを導入すると共に炭素源を導入して、シリコン基板等の導電性(または半導電性)基板上に気相成長させることにより、作製することができる。

【0022】前記のように気相成長させて得られる導電性ダイヤモンド電極は、1~10 μ m程度の微細結晶を構成した多結晶構造であるため、その導電性ダイヤモンド電極の表面は粗い(表面が凸凹)。しかも、ダイヤモンドは、極めて硬いことで知られている。

【0023】そのため、前記導電性ダイヤモンド電極を被分析対象(固形状の被分析対象)に擦り付けることにより、その被分析対象の一部(極めて僅かな量;例えば、ナノグラム程度)を前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させることができる。また、前記導電性ダイヤモンド電極は極めて硬いため、あらゆる固形状の物質(ダイヤモンド以外の固形状の物質)を擦り取ることができる(高い擦り取り性)。

【0024】本実施の形態は、前記導電性ダイヤモンド電極を用いて種々の物質の分析を行うことにより、種々の被分析対象について高感度および高精度の電気化学的分析を短時間で容易に行うことを検討したものである。

【0025】本実施の形態における導電性ダイヤモンド電極は、成膜装置としてASTeX社製のマイクロ波CVD成膜装置を用い、以下に示すようにマイクロ波プラズマアシストCVD法により作製した。まず、前記導電性基板としてシリコン基板(Si(100))を用い、そのシリコン基板表面をテクスチャー処理(例えば、0.5 μ mのダイヤモンド粉により研磨)した後、前記シリコン基板を成膜装置のホルダーに固定した。成膜用ソースとしては、アセトンとメタノールとの混合物(液体;混合比は、体積比で9:1)を用い、その混合物に酸化ホウ素(B₂O₃)をホウ素/炭素(B/C)比で10⁴ppmとなる量を溶解したものを用いた。

【0026】そして、前記成膜用ソースは、その成膜用

ソースに対しキャリアガスとして純 H_2 ガスを通してからチャンバー内に導入した。前記チャンバー内は、予め別ラインから水素を流す(本実施の形態では $532\text{cc}/\text{min}$)ことにより、所定圧力(本実施の形態では 115Torr)となるように調整した。その後、前記チャンバー内にて、 2.45GHz のマイクロ波電力により放電させ、その電力が 5kW となるように調整した。

【0027】前記電力が安定した後、前記成膜用ソースにキャリアガスとして純 H_2 ガス(本実施の形態では)を流し、成膜速度 $1\sim4\mu\text{m}/\text{h}$ で成膜を行った。そして、成膜時間を調整して、厚さ約 $30\mu\text{m}$ の膜(電極表面の面積が 1cm^2 未満)を得た。なお、本実施の形態における成膜装置において、特に基板の加熱等の作業は行わなかったが、その基板の温度は定常状態で約 $850\sim950^\circ\text{C}$ であった。

【0028】前記のように作製した導電性ダイヤモンド電極を用い、以下に示す第1～第6実施例のように種々の物質における分析(室温下の分析)を行った。

【0029】(第1実施例)第1実施例では、前記導電性ダイヤモンド電極を用い、固形状の鉛(純度 99%)の試料S1について分析を行った。まず、前記試料S1に対し前記導電性ダイヤモンド電極を手で簡易に2～3回擦り付けて、その試料S1の一部(極めて僅かな量)を前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させた。その後、前記導電性ダイヤモンド電極を図12に示したような分析装置の作用電極として用いた。

【0030】そして、参照電極に対する導電性ダイヤモンド電極の電位を、ディファレンシャルパルス・アノードストリッピング・ボルタメトリーにより、負電位方向から正電位方向に走査速度 $20\text{mV}/\text{s}$ で電位ステップさせて、前記導電性ダイヤモンド電極表面の付着物質を電解液中に溶出すると共に、その電位ステップに対する電流変化を測定して、電位(参照電極に対する電位)に対する電流特性(ディファレンシャルパルス・ボルタグラム)を得た。この電流特性からピーク電流、およびピーク電流が発生した電位を読み取ることにより、前記試料S1の分析を行った。

【0031】また、固形状の鉄(純度 99%)を試料S2として用い、前記試料S1と同様の分析条件により、前記試料S2の一部(極めて僅かな量)を前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから電解液中に溶出して、前記試料S2の分析を行った。

【0032】さらに、固形状の金(純度 99.95%)を試料S3として用い、前記試料S1と同様の分析条件により、前記試料S3の一部(極めて僅かな量)を前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから電解液中に溶出して、前記試料S3の分析を行った。

【0033】なお、前記電解液には HCl で $\text{pH}1$ に調整された 0.1M の KCl 溶液(分析試薬級の化学製品)を用い、ポテンシオスタットには北斗電工製の製品(100

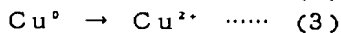
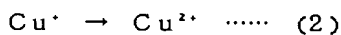
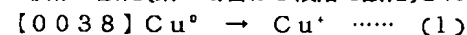
$\text{ELHZ} 3000$)を用いた。また、前記導電性ダイヤモンド電極は、前記電解液中に浸される表面積が 0.4cm^2 となるように、図12に示す分析装置における作用電極の位置に設置した。

【0034】前記試料S1～S3における分析結果をそれぞれ図1～図3の電位に対する電流特性図に示す。図1に示すように、電位が -0.48V の際に明確なピーク電流が得られ、前記試料S1が鉛から成ることを読み取れる。また、図2に示すように、電位が 0.8V の際に明確なピーク電流が得られ、前記試料S2が鉄から成ることを読み取れる。さらに、図3に示すように、約 0.95V の際に明確なピーク電流が得られ、前記試料S3が金から成ることを読み取れる。

【0035】なお、図1に示した試料S1のピーク電流幅(半値幅が 0.1V 以下)は、図2に示した試料S2のピーク電流幅(半値幅が 0.3V 以下)よりも広がっているが、このようにピーク電流幅が異なった理由は、試料S2の溶出と比較して試料S1の溶出が短い時間で行われたからと思われる。また、前記導電性ダイヤモンド電極表面における試料S2が付着された各微細結晶の間の表面をSEM像によって観察したところ、その試料S2が付着した量は極めて微量であった(ナノグラム程度；図示省略)。

【0036】ゆえに、第1実施例により、導電性ダイヤモンド電極を用いて固形状の物質(例えば、鉛、鉄、金等の金属)の分析が可能であることを確認できた。また、例えば金のように比較的高い酸化電位を有する物質においても、その物質の分析が可能であることを確認できた。

【0037】(第2実施例)あらゆる金属のうち例えば銅を塩化物濃度(塩素イオン濃度)の高い電解液(例えば、 KCl 溶液)中に酸化溶出する場合、 Cu^+ が塩化物により安定するため、以下の(1)～(3)式に示す反応式により複雑に酸化(銅の場合は3段階で酸化)される。



なお、銅を例えば塩化物が含まれていない硝酸溶液等の電解液(あるいは、塩化物濃度が極めて薄い電解液)中に酸化溶出する場合には、前記の(3)式に示す反応式により酸化(1段階で酸化)が行われる。

【0039】そこで、第2実施例では、固形状の銅を試料S4として用い、前記の第1実施例と同様の分析条件により、前記試料S4の一部(極めて僅かな量)を前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから電解液(塩化物濃度が高い電解液)中に溶出して、前記試料S4の分析を行い、その分析結果を図4の電位に対する電流特性図に示した。図4に示すように、3つのピーク電流が各々の電位にて生じ、前記試料S4が銅から成ることを読み取れる。

【0040】ゆえに、第2実施例により、いくつかの段階を経て酸化される可能性のある固形状の物質(銅などの金属)においても、導電性ダイヤモンド電極を用いて分析することが可能であることを確認できた。

【0041】(第3実施例)第3実施例では、銅と亜鉛から成る真鍮合金(Nilaco; 銅が65%、亜鉛が35%)を試料S5として用い、第1実施例と同様の分析条件により、前記試料S5の一部(極めて僅かな量)を前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから電解液中に溶出して、前記試料S5の分析を行った。その分析結果を図5の電位に対する電流特性図に示す。

【0042】図5に示すように、3つのピーク電流がそれぞれ電位-0.85V、-0.02V、0.42Vの際に得られた。電位-0.85Vにおけるピーク電流は、付着物質中の亜鉛が酸化(Zn/Zn^+)されて生じたものと読み取れる。また、電位-0.02V、0.42Vにおけるピーク電流は、互いに近接した位置で生じているが、それぞれ付着物質中の銅が酸化されて生じたものと読み取れる。このことから、前記試料S5は亜鉛と銅から成ることを読み取れる。前記のように、銅において2つのピーク電流が生じた理由は、 Cu^+ が塩化物により安定するため、前記付着物質中の銅が2段階で酸化($Cu^0 \sim Cu^+$ 、および $Cu^+ \sim Cu^{2+}$)されたことが考えられる。

【0043】ゆえに、第2実施例により、例えば真鍮合金のように種々の金属を含んだ合金の場合においても、導電性ダイヤモンド電極を用いて分析することが可能であり、合金中の各構成金属間の相互作用状態を調べることが可能であることを確認できた。また、例えば銅のように段階的に酸化される可能性のある金属を含んだ合金の場合においても、分析が可能であることを確認できた。

【0044】(第4実施例)第4実施例では、亜鉛、カドミウム、鉛、アルミニウム、コバルト、ニッケル、銅、クロムから成る金属を試料S6として用い、前記の第1実施例と同様の分析条件により、前記試料S6の一部(極めて僅かな量)を前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから電解液中に溶出して、前記試料S6の分析を行った。前記試料S6の分析結果を図6の電位に対する電流特性図に示す。

【0045】図6に示すように、いくつかのピーク電流が各々の電位にて生じていることを読み取ることができる。それらピーク電流が生じた際の各電位から、前記試料S6中に亜鉛、カドミウム、鉛、アルミニウム、コバルト、ニッケル、銅、クロムが含まれていることを確認できた。

【0046】ゆえに、複数個の元素から成る金属においても、導電性ダイヤモンド電極により分析が可能であることを確認できた。

【0047】(第5実施例)第5実施例では、外見が略銀

色の貨幣、すなわち白銅(銅750%、ニッケル250%)から成る100円貨幣、500円貨幣を試料S7、S8、キュープロニッケル(全体の8.33%がニッケル)から成る25セント貨幣(Quarter)を試料S9として用い、前記の第1実施例と同様の分析条件により、前記試料S7~S9の一部(極めて僅かな量)をそれぞれ前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから電解液中に溶出して、前記試料S7~S9の分析を行った。前記試料S7~S9の分析結果をそれぞれ図7~図9の電位に対する電流特性図に示した。

【0048】図7、図8において、それぞれ同じピーク電流が各々の電位で生じていることを読み取ることができ、前記100円貨幣と500円貨幣とが同じ組成から成ることを確認できた。一方、図9においては、図7、図8に示すものとは異なるピーク電流が各々の電位で生じていることを読み取ることができる。この理由は、100円貨幣(および500円貨幣)と25セント貨幣とがそれぞれ異なる組成から成ると共に、その製造方法がそれぞれ異なるためと考えられる。

【0049】(第6実施例)第6実施例では、外見が略茶色の貨幣、すなわち青銅(銅950%、亜鉛30~40%、すず10~20%)から成る10円貨幣を試料S10、銅メッキされた亜鉛ベースの1セント貨幣(Cent)を試料S11として用い、前記の第1実施例と同様の分析条件により、前記試料S10、S11の一部(極めて僅かな量)をそれぞれ前記導電性ダイヤモンド電極表面に付着させてから電解液中に溶出して、前記試料S10、S11の分析を行った。前記試料S10、S11の分析結果をそれぞれ図10、図11の電位に対する電流特性図に示した。

【0050】図10、図11において、それぞれ異なるピーク電流が各々の電位で生じていることが読み取れる。この理由は、1セント貨幣と10円貨幣とがそれぞれ異なる組成から成ると共に、その製造方法がそれぞれ異なるためと考えられる。

【0051】ゆえに、前記の第5および第6実施例に示したように、導電性ダイヤモンド電極を用いてあらゆる貨幣の分析が可能であり、例えば偽貨幣の識別(偽物識別分野)が可能であることを確認できた。

【0052】以上示したように、本実施の形態における導電性ダイヤモンド電極を用いた電気化学的分析方法によれば、比較的表面粗さの大きい導電性ダイヤモンド電極を被分析対象に擦り付け、その被分析対象の一部(極めて僅かな量)を導電性ダイヤモンド電極表面に付着(微量付着)させることにより、前記被分析対象を高精度および高感度で容易に分析することが可能であることを確認できた。また、被分析対象において、導電性ダイヤモンド電極によって採取される量は極めて僅かであるため(ナノグラム程度)、その被分析対象を殆ど破壊することなく分析(非破壊分析)を行うことができる。

【0053】なお、本実施の形態に示した導電性ダイヤモンド電極の形状は特に限定されるものではなく、被分析対象を擦り取ることが可能な形状であれば、本実施の形態に示したものと同様の作用、効果が得られることは明らかである。

【0054】

【発明の効果】以上示したように本発明によれば、導電性ダイヤモンド電極が極めて硬く微細結晶を構成した多結晶であると共に、広い電位窓、低いバックグラウンド電流、高い化学的耐性を有するため、被分析対象を破壊する事なく極めて僅かな量を擦り取って、その被分析対象について高精度および高感度な電気化学的分析を短時間で容易に行うことが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】第1実施例における鉛(試料S1)の電位に対する電流特性図。

【図2】第1実施例における鉄(試料S2)の電位に対する電流特性図。

【図3】第1実施例における金(試料S3)の電位に対する電流特性図。

【図4】第2実施例における銅(試料S4)の電位に対する電流特性図。

【図5】第3実施例における真鍮合金(試料S5)の電位*

*に対する電流特性図。

【図6】第4実施例における複数の元素から成る金属(試料S6)の電位に対する電流特性図。

【図7】第5実施例における100円貨幣(試料S7)の電位に対する電流特性図。

【図8】第5実施例における500円貨幣(試料S8)の電位に対する電流特性図。

【図9】第5実施例における25セント貨幣(試料S9)の電位に対する電流特性図。

10 【図10】第6実施例における10円貨幣(試料S10)の電位に対する電流特性図。

【図11】第6実施例における1セント貨幣(試料S11)の電位に対する電流特性図。

【図12】一般的に知られている金属分析装置の概略構成図。

【符号の説明】

1…測定容器

2…作用電極

3…対電極

20 4…ポテンシオスタット

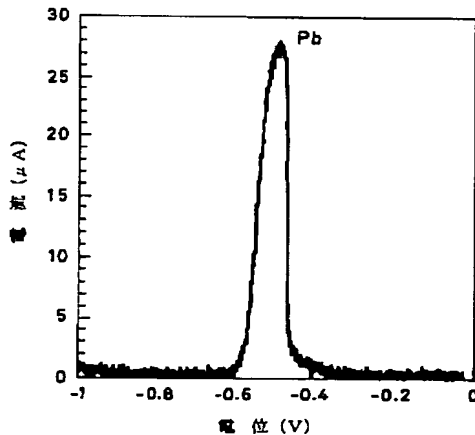
5…参照電極

6…供給管

7…スターラー

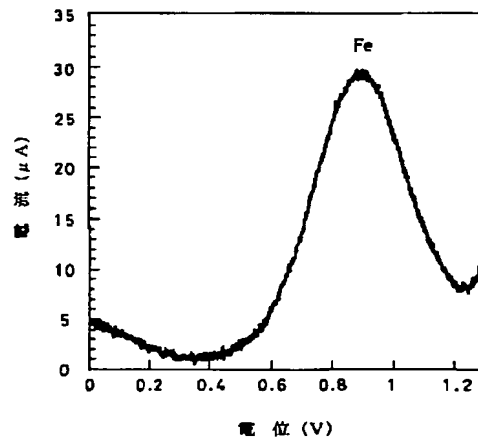
【図1】

第1実施例における鉛の電位に対する電流特性図



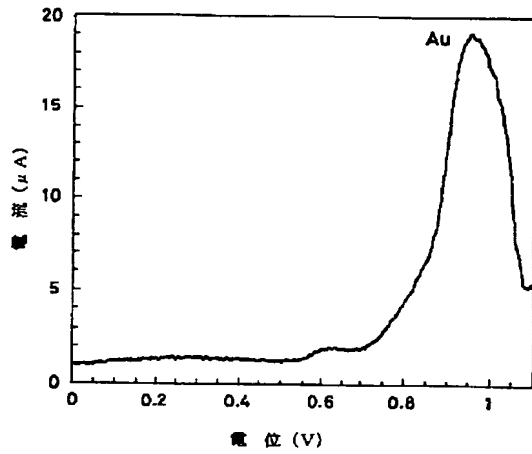
【図2】

第1実施例における鉄の電位に対する電流特性図



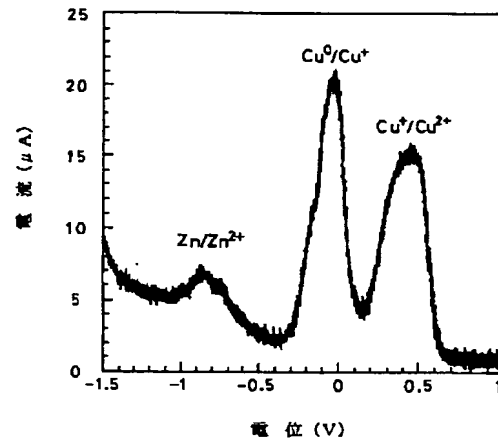
【図3】

第1実施例における金の電位に対する電流特性図



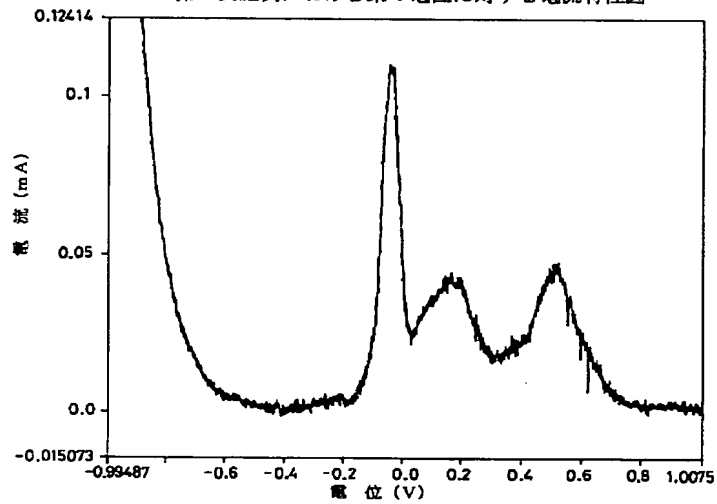
【図5】

第3実施例における真鍮合金の電位に対する電流特性図



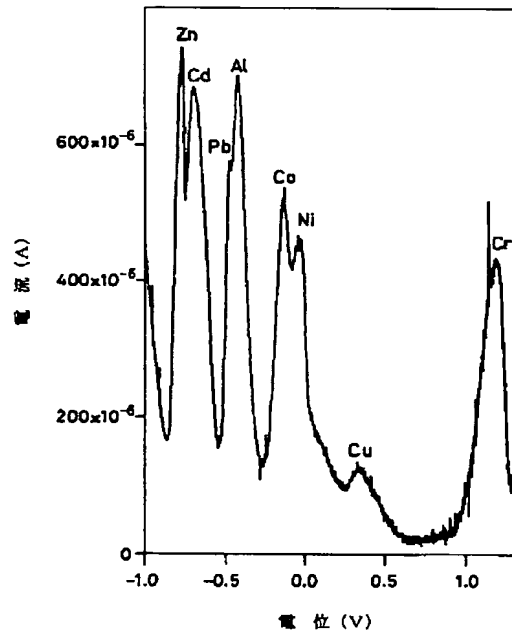
【図4】

第1実施例における銅の電位に対する電流特性図



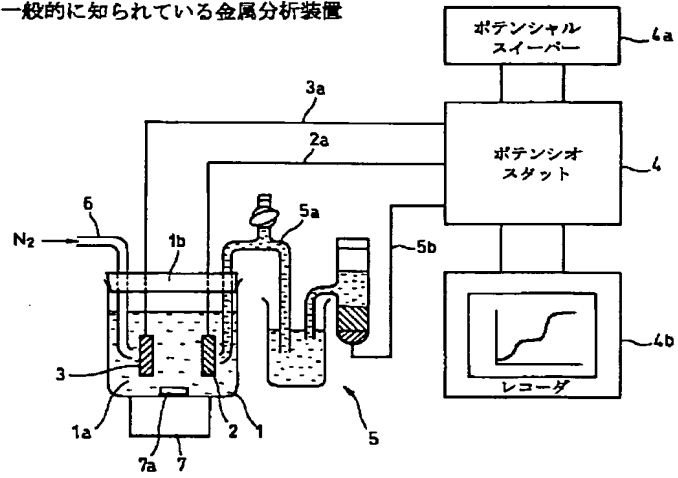
【図6】

第4実施例における複数の元素から成る金属の
電位に対する電流特性図



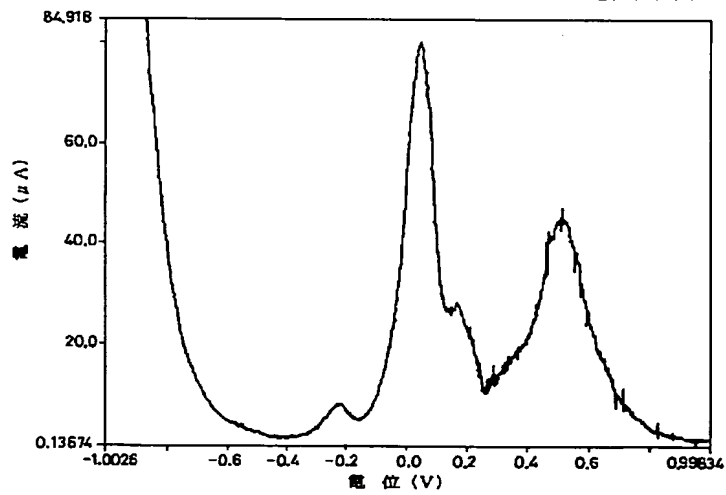
【図12】

一般的に知られている金属分析装置

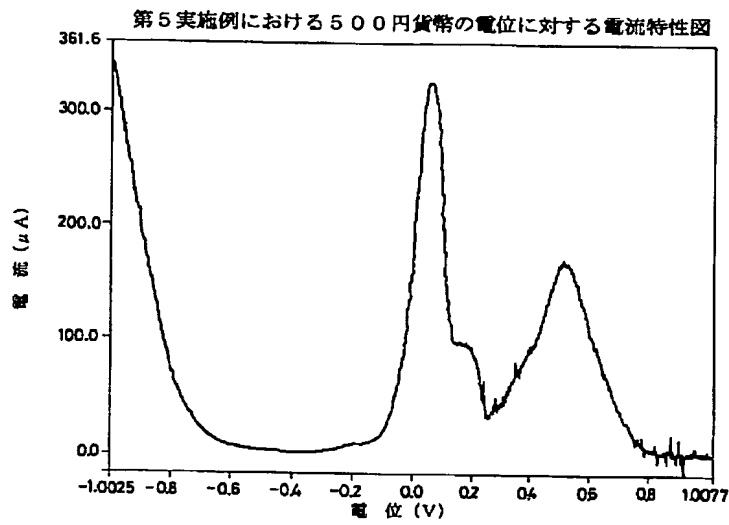


【図7】

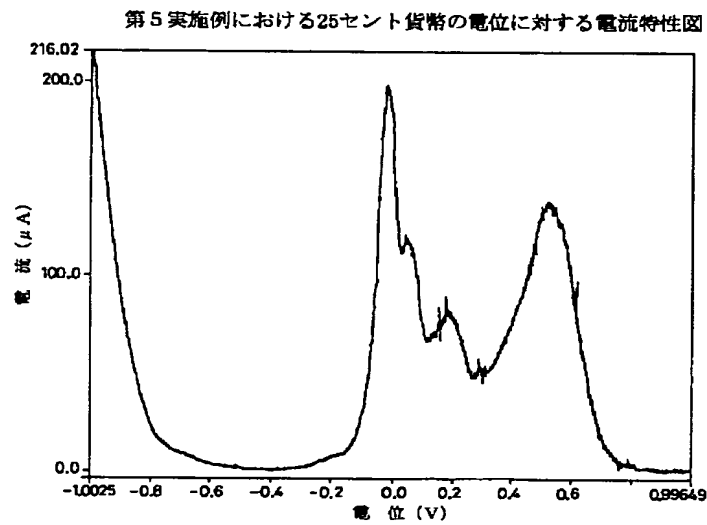
第5実施例における100円貨幣の電位に対する電流特性図



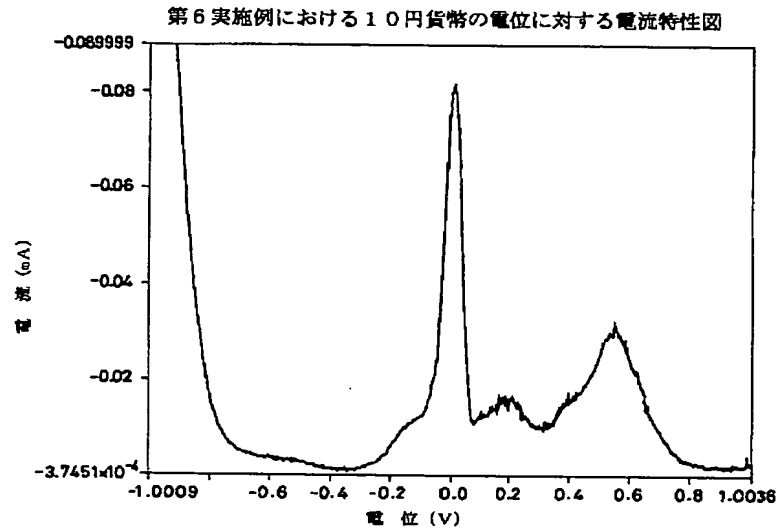
【図8】



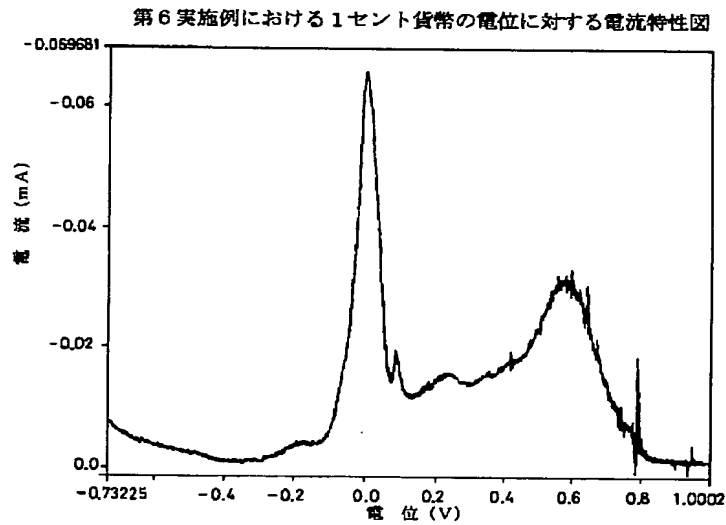
【図9】



【図10】



【図11】



フロントページの続き

(72)発明者 アヤカノ マニヴァナン
アメリカ合衆国、ウェストヴァージニア、
モーガンタウン、ローリングウッド スト
リート 568

Fターム(参考) 2G055 AA02 AA05 BA01 CA07 CA12
CA20 DA08 EA10 FA06